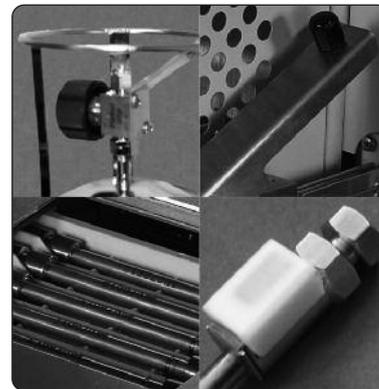


アジレントの大気モニタリング ソリューション アプリケーション集



概要

前処理に熱脱着 (TD) を利用した GC/MS 法 (TD-GC/MS 法) は、大気中の有機蒸気を測定する強力な手法です。この手法は、環境リサーチから産業衛生に至るまで、様々な分野で利用されています。GC/MS 分野のリーディングカンパニーであるアジレントは、分析用 TD 装置の世界的なサプライヤーである Markes International と提携して、環境および職場の健康安全アプリケーション向けに最新の大気分析装置を提供しています。このアプリケーション集では、アジレントの TD-GC/MS システムを用いたさまざまな分析例を紹介します。

目次

キャニスタおよび吸着管を用いた空気中の有害化合物のモニタリング (U.S. EPA メソッド T0-15/17)	3
U.S. EPA メソッド T0-17 による有害大気汚染物質のモニタリング	6
特定の「土壌ガス」吸着管を用いた土壌ガスおよび蒸気侵入アセスメント	9
煙突排出物検査	11
労働衛生/作業環境大気モニタリング	13
逸散排出物、悪臭、フェンスラインモニタリング	15
室内空気質	17



はじめに

熱脱着 GC/MS 法 (TD-GC/MS 法) は、空気中の有機蒸気を測定する最適な手法として認知されています。アジレントは、環境大気モニタリングおよび個人暴露モニタリング向けの TD-GC/MS システムを供給しています。システムは、ポンプ排気式吸着管、キャニスタ、軸状/放射状拡散 (パッシブ) サンプラ、テドラーバッグなど、多種多様な大気サンプリング媒体に対応しています。すべてのシステムが、関連する国際的な標準メソッド、ISO/EN 16017、ASTM D6196、U.S. EPA メソッド TO-17 および TO-15、EN 14662 (パート 1 および 4)、NIOSH 2549 に完全に準拠しています。

大気モニタリングアプリケーションは多種多様で要求の厳しい分析分野です。分析対象物が数百 ppm から ppt 未満という濃度で、濃度の低い対象化合物の大部分は複雑で汚れたマトリックスの中に存在します。アジレントの大気分析製品は、こうした難題に対応できる柔軟性と性能を備えています。次のような用途に使用できます。

- 環境リサーチ - 地球規模のバックグラウンド汚染レベル、成層圏汚染、その他のアプリケーション
- 市街地、工場、および室内の空気中に含まれる有害物質
- 煙突排出物および逸散排出物
- 土壌ガスおよび蒸気侵入
- 悪臭モニタリング
- 作業環境/労働衛生 - 生物学的暴露評価のための吸入暴露および呼気分析

大気サンプリングおよび TD テクノロジーのイノベーション

アジレント・テクノロジーは、分析用熱脱着 (TD) 装置の世界的なサプライヤーである Markes International と提携して、最新の大気分析製品を提供しています。熱脱着と GC/MS を組み合わせたシステムでは、「2 段階」方式による最高の TD 性能が得られ、冷却のために取り扱いの難しい低温液体を使用する必要がなくなります。2 段階システムでは、脱着された化学種だけがフォーカスされて GC/MS システムへ送られるため、ピークの分離能と感度が高まります。

シリーズ 2 UNITY は、他に例をみない適用範囲の広さと現場で実証済みの信頼性を誇る TD プラットフォームで、アジレントのすべての大気モニタリングシステムで使用できます。オプションとして、最大 100 本の吸着管を装填できるシリーズ 2 ULTRA や、キャニスタ分析を自動化するキャニスタインタフェースアクセサリ (CIA) などがあります。

アジレントの大気モニタリングシステムによって提供される TD テクノロジーには、数多くの先進的な技術イノベーションが盛り込まれています。SecureTD-Q (反復分析や検証のための定量的なサンプル再捕集) や吸着管電子タグ表示機能などは、ラボの作業効率を高めます。



「冷却剤不要、簡単なウォーターマネジメント、アプリケーションの多様性 (吸着管、キャニスタ/バッグ、周囲空気中の有害化学物質、土壌ガス) などの利点により、アジレントの大気モニタリングシステムは分析の生産性を最大限に引き上げます。」

高性能な GC/MS

アジレントには、難しいマトリックスにおいても抜群の感度と安定した同定能力を発揮し、耐用年数が長く、革新的な機能を持つ高性能分析システムを提供してきた実績があります。Agilent 7890A/5975C GC/MSD システムは、GC と MS の先進テクノロジーを理想的な形で統合したシステムです。第 5 世代の電子式圧力/流量制御 (EPC) をベースとする 7890A GC システムと質量選択検出器 (MSD) では、高い再現性が得られます。バックフラッシュ機構を改良したキャピラリー・フロー・テクノロジー (CFT) により、MSD イオン源の汚染防止が強化されています。5975C MSD では、3 つの独自のコンポーネント、すなわち、不活性なイオン源、革新的な 3 次元 HED-EM 検出器、業界唯一の加熱式モノリシック石英質量分析計により、メンテナンスなしで高い感度と安定した質量精度が得られます。

キャニスタおよび吸着管を用いた空気中の有害化合物のモニタリング (U.S. EPA メソッド T0-15/17) アプリケーションの概要

市街地および室内の空気中に含まれる ppb レベルの有害物質の測定に対する需要の高まりに応じて、吸着管とキャニスタの両方のメソッドに準拠し、自動分析が可能な冷却剤なしの熱脱着テクノロジーが開発されました。吸着管によるサンプリング手順を規定した U.S. EPA メソッド T0-17 と、キャニスタによるサンプリング手順を規定した U.S. EPA メソッド T0-15 に対応します。

アジレントは、大気サンプリングの選択肢 (キャニスタ、バッグ、吸着管) の幅を最大限に広げるために、メソッド T0-15 と T0-17 の両方に完全に準拠した TD-GC/MS 製品を提供しています。どのシステムでも、手動または自動式の吸着管の脱着に加えて、最大 8 つのキャニスタまたはバッグの自動シーケンシングが可

能になっています。システム構成は、Agilent 7890A GC システムと Agilent 5975C シリーズ GC/MSD システムから構成されるアジレントの先進的な GC/MS システムを採用しています。電気冷却フォーカシング (液体冷媒の不要なシステム) や、万能のウォーターマネージメント、極めて効率的なトラップ脱着といった諸機能の相乗効果により、分析コストの削減、アップタイムの最適化、最高レベルの分析性能/感度/再現性が実現されています。吸着管脱着の自動実行機能を装備したシステムでは、週末の無人稼働や (反復分析を目的とした) 再捕集の自動化が可能です。また、電子タグを読み書きするオンボード機能によって、サンプルや吸着管のトレーサビリティが高まります。

構成の要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY-CIA8 + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

推奨アクセサリ:

大気有害化合物分析器 (ATA) スターターキットの構成:

- 2 x ATA/SG フォーカシングトラップ
- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き ATA 吸着管
- 吸着管 Pk 10 (BTX 標準物質添加済み (100 ng レベル))
- CapLok ツール

Agilent J&W DB-624 カラム:60 m × 0.32 mm (内径) × 1.8 μm

使用可能なオプション:

Silcosteel キャニスタ

TubeTAG スターターキット

Pk 100 コンディショニング済み/キャップ付き ATA 吸着管
ヘリウムガス漏れ検出器

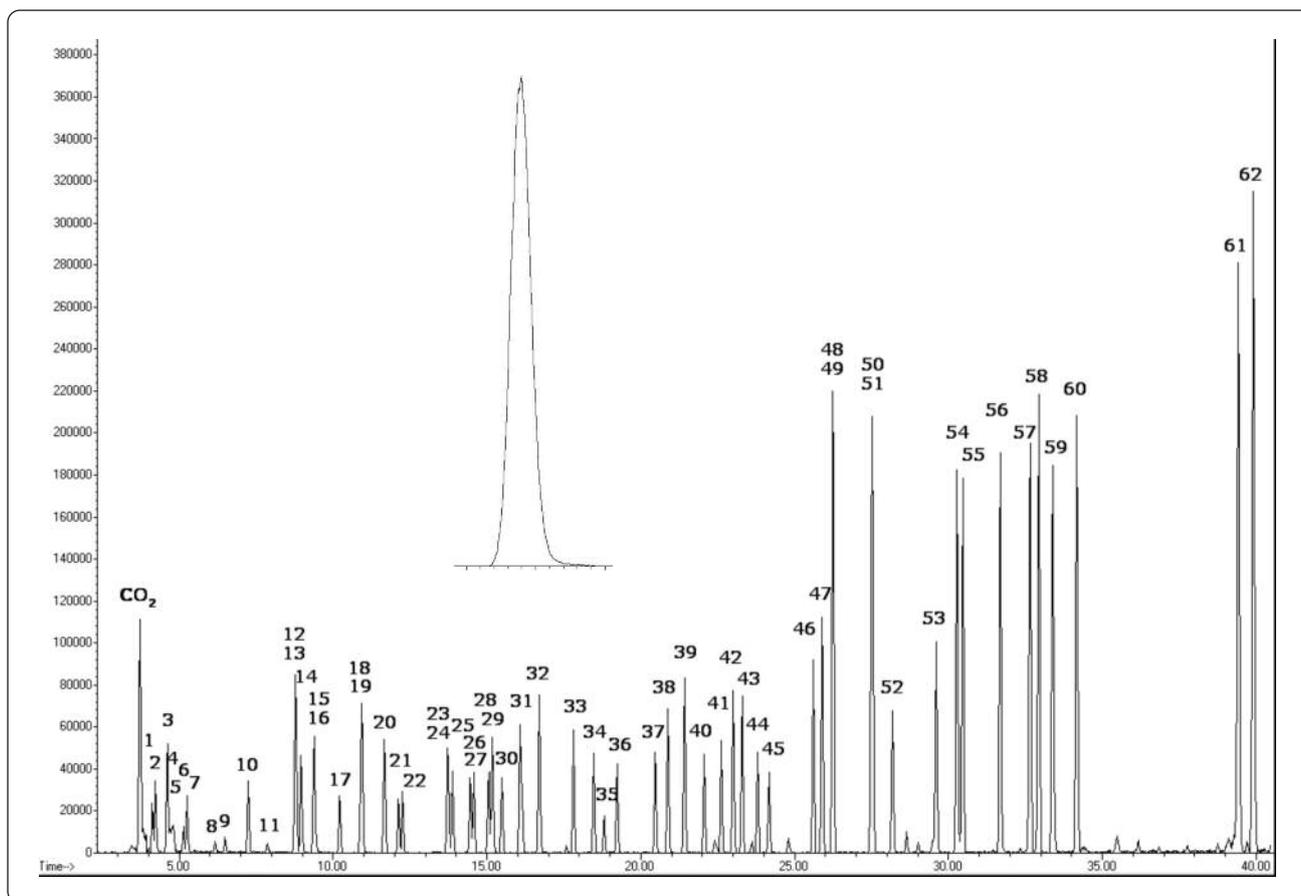
キャリブレーション用のガス標準物質 (1ppm)

UNITY 2 定期メンテナンスキット

Pack 1 または 5 ポンプ

サンプリングおよび分析条件

サンプル量:	100 mL ~ 1 L
フォーカシングトラップ:	25 °C、40 °C/s で 320 °C まで (3 分)
スプリット比:	スプリットレスから 10:1 まで (濃度に応じて変更)
TD フローパス:	140 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 10 psi (定圧モード)
GC オープン:	35 °C (5 分) から、5 °C/min で 230 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	35 ~ 300 m/z



- | | | |
|-------------------------------|------------------------|-----------------------|
| 1. プロピレン | 22. cis-1,2-ジクロロエチレン | 43. メチル n-ブチルケトン |
| 2. ジクロロジフルオロメタン | 23. メチルエチルケトン | 44. ジブromクロロメタン |
| 3. 1,2-ジクロロテトラフルオロエタン | 24. 酢酸エチル | 45. 1,2-ジブromエタン |
| 4. 塩化メチル | 25. テトラヒドロフラン (THF) | 46. クロロベンゼン |
| 5. 1,2-ジクロロエタン | 26. クロロホルム | 47. キシレン |
| 6. 1,3-ブタジエン | 27. 1,1,1-トリクロロエタン | 48. キシレン |
| 7. 塩化ビニル | 28. シクロヘキサン | 49. キシレン |
| 8. 臭化メチル (ブromメタン) | 29. 四塩化炭素 | 50. スチレン |
| 9. クロロエタン | 30. ベンゼン | 51. トリブromメタン |
| 10. トリクロロトリフルオロエタン (フレオン 113) | 31. n-ヘプタン | 52. 1,1,2,2-テトラクロロエタン |
| 11. エタノール | 32. トリクロロエチレン | 53. 1,2,4-トリメチルベンゼン |
| 12. 1,2-ジクロロエチレン | 33. 1,2-ジクロロプロパン | 54. 1,3,5-トリメチルベンゼン |
| 13. 1,1,2-トリクロロトリフルオロエタン | 34. 1,4-ジオキサン | 55. 1-エチル-4-メチルベンゼン |
| 14. アセトン | 35. ブromジクロロメタン | 56. エチルベンゼン |
| 15. 二硫化炭素 | 36. trans-1,3-ジクロロプロペン | 57. 1,2-ジクロロベンゼン |
| 16. イソプロピルアルコール | 37. メチルイソブチルケトン | 58. 1,3-ジクロロベンゼン |
| 17. 塩化メチレン | 38. トルエン | 59. α-クロロメチルベンゼン |
| 18. t-ブチルメチルエーテル | 39. cis-1,3-ジクロロプロペン | 60. 1,4-ジクロロベンゼン |
| 19. n-ヘキサン | 40. t-1,2-ジクロロエチレン | 61. 1,2,4-トリクロロベンゼン |
| 20. 1,1-ジクロロエタン | 41. 1,1,2-トリクロロエタン | 62. ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン |
| 21. 酢酸ビニル | 42. テトラクロロエチレン | |

図 1.1 リットルの 62 成分標準混合液をスプリットレスモードで分析したときのクロマトグラム。優れたピーク形状は、どの化合物についても 100 ppt 未満の検出限界を保証します。図中の挿入図は、イソプロピルアルコールのピーク形状を拡大したものです。

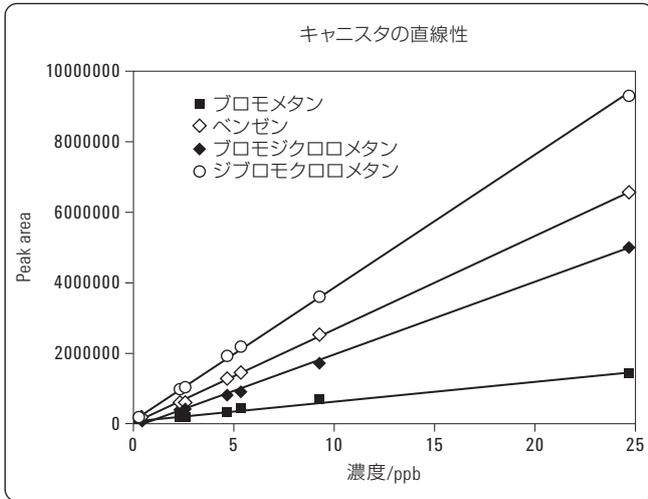


図 2. 0.1 ppb から 25 ppb までの直線性グラフ

表 1. 空気中の有害化合物濃度範囲 (n=5) における 8 種の化合物のシステム再現性

化合物名	相対標準偏差 (%)
ジクロロジフルオロメタン	2.8
イソプロピルアルコール	4.0
二硫化炭素	2.8
ジクロロエチレン	3.3
テトラヒドロフラン (THF)	2.2
ベンゼン	1.9
塩化ビニル	4.0
1,2,4-トリクロロベンゼン	4.5

U.S. EPA メソッド T0-17 による有害大気汚染物質のモニタリング アプリケーションの概要

空気中の有害な揮発性有機化合物は、空気質の尺度として、多くの産業/市街地/室内環境においてモニターされています。これらの化合物には、塩化メチルからヘキサクロロブタジエンに至るまで、揮発性の異なるさまざまな化合物があり、極性の程度もさまざまです。空気中の有害物質および関連アプリケーションについては、国内および国際標準メソッドがいくつも開発されており、標準メソッドには、U.S. EPA メソッド T0-17、「吸着管へのアクティブサンプリングを用いた環境大気中の揮発性有機化合物の定量」などがあります。その他にも、EN ISO 16017 や ASTM D6196 といった基準があります。

周囲空気中の有害物質の測定に対する需要の高まりに応じて、アジレントは、冷媒を必要とせず、メソッド T0-17 に完全に準拠した形で動作する TD-GC/MS システムを構成しました。手動バージョンと自動バージョンのシステムがあります。どちらも、最大 100 本の吸着管を収納できるスペースと反復分析のための自動再捕集機能を備えたハイスループットシステムです。すべてのシステムに万能のウォーターマネージメントとアジレントの先進的な GC/MS システムが採用されています。GC/MS システムは、Agilent 7890A GC システムと Agilent 5975C シリーズ GC/MSD システムから構成されています。

オプションの吸着管電子タグ機能は、ハイスループットラボやフィールドモニタリング調査のトレーサビリティを強化します。

T0-17 の構成要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

推奨アクセサリ:

大気有害物質分析器 (ATA) スターターキットの構成:

- 2 x ATA/SG フォーカシングトラップ
- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き ATA 吸着管
- 吸着管 Pk 10 (BTX 標準物質添加済み (100 ng レベル))
- CapLok ツール

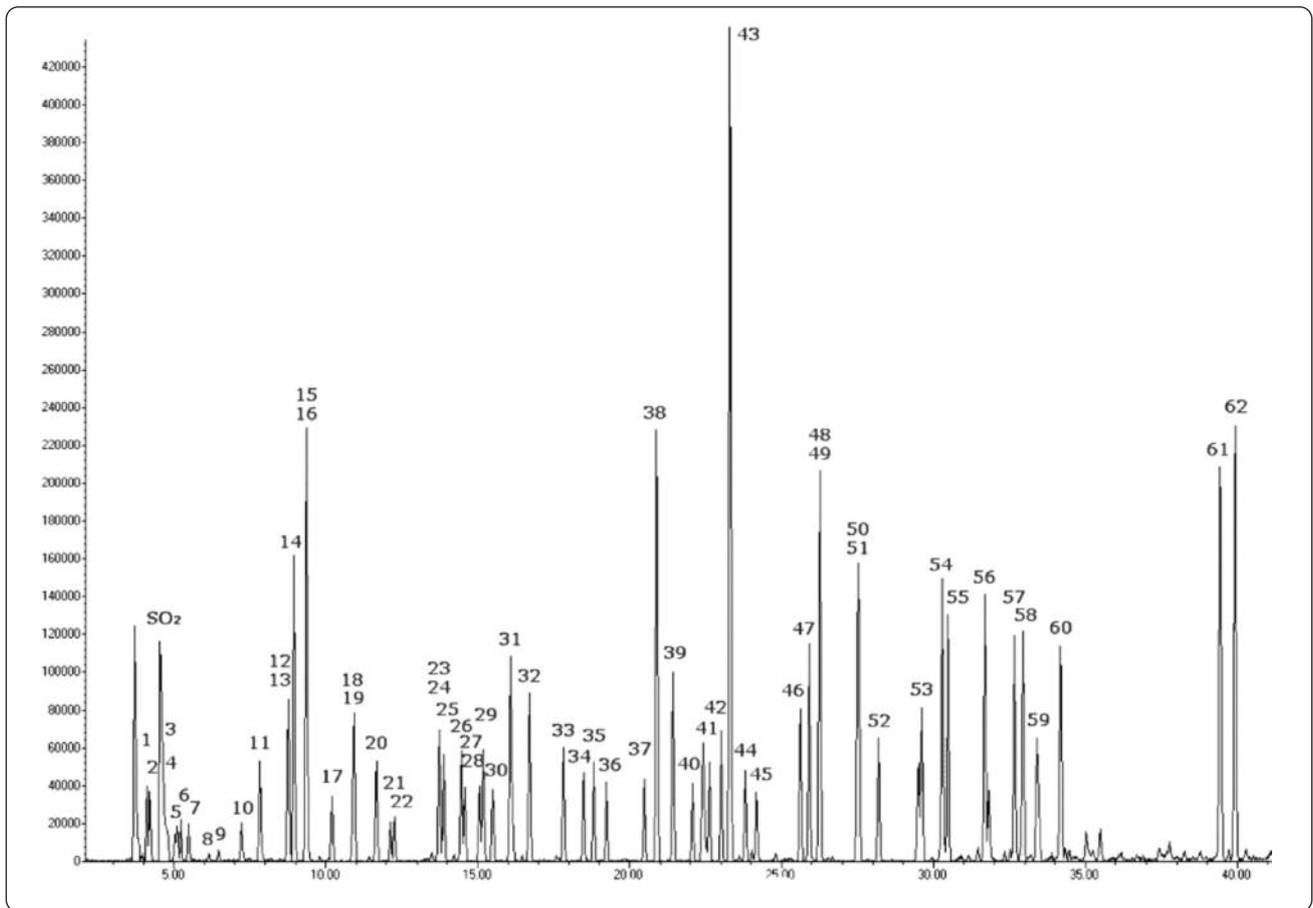
Agilent J&W DB-624 カラム:60 m × 0.32 mm (内径) × 1.8 μm

使用可能なオプション:

TubeTAG スターターキット
追加コンディショニング済み/キャップ付き ATA
または汎用吸着管
ヘリウムガス漏れ検出器
UNITY 2 定期メンテナンスキット
キャリブレーション用のガス標準物質 (1ppm)
特注の標準リファレンス吸着管 (100 ng)
Pack 1 または 5 ポンプ

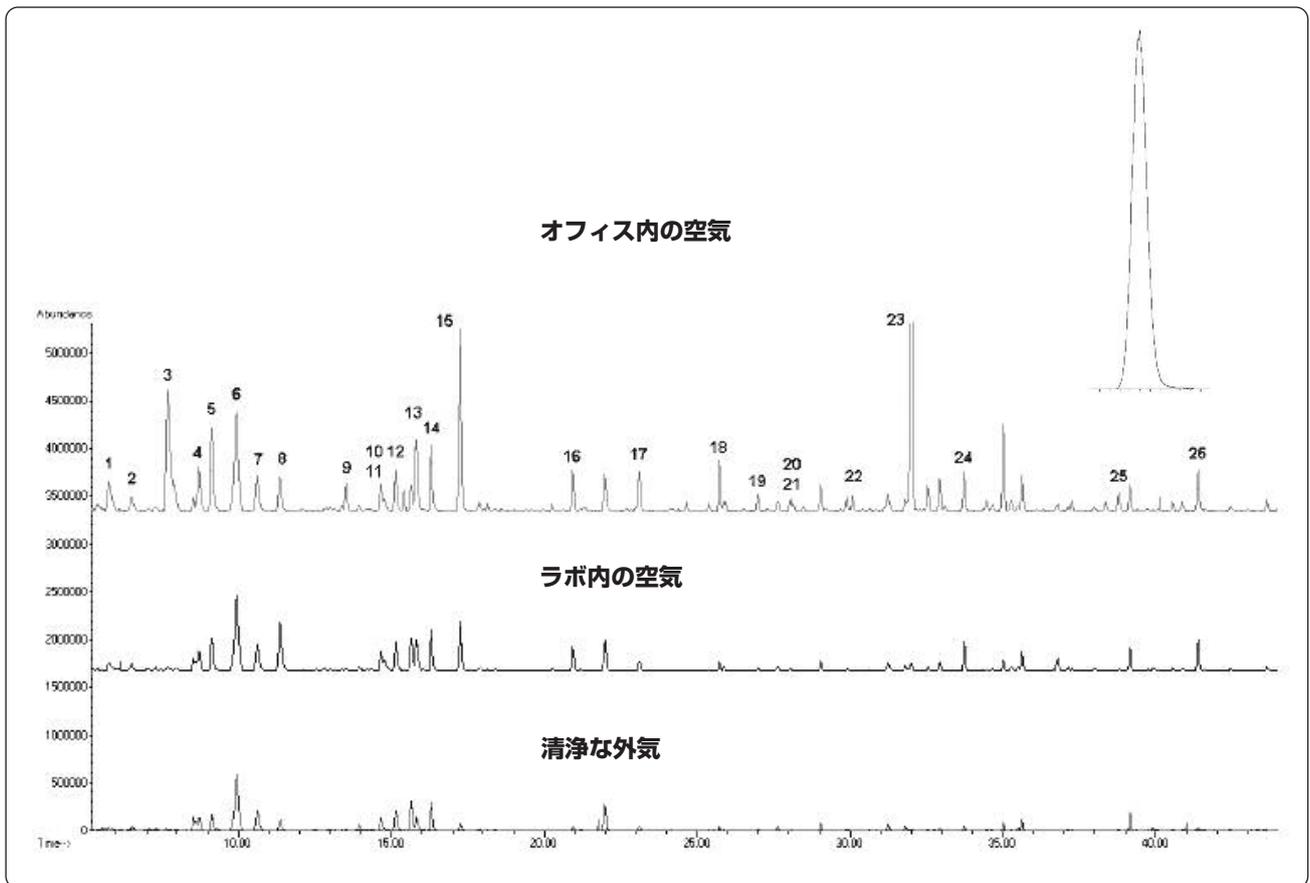
サンプリングおよび分析条件

サンプル量:	一般的には、ATA 吸着管で 1 ~ 5 L @ 20 ~ 50 mL/min
吸着管脱着:	320 °C (10 分間)
フォーカシングトラップ:	25 °C、40 °C/s で 320 °C まで (3 分)
スプリット比:	スプリットレスから 10:1 まで (濃度に応じて変更)
TD フローパス:	140 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 10 psi (定圧モード)
GC オープン:	35 °C (5 分) から、5 °C/min で 230 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	35 ~ 300 m/z



- | | | |
|-------------------------------|------------------------|-----------------------|
| 1. プロピレン | 22. cis-1,2-ジクロロエチレン | 43. メチル n-ブチルケトン |
| 2. ジクロロジフルオロメタン | 23. メチルエチルケトン | 44. ジプロモクロロメタン |
| 3. 1,2-ジクロロテトラフルオロエタン | 24. 酢酸エチル | 45. 1,2-ジプロモエタン |
| 4. 塩化メチル | 25. テトラヒドロフラン (THF) | 46. クロロベンゼン |
| 5. 1,2-ジクロロエタン | 26. クロロホルム | 47. キシレン |
| 6. 1,3-ブタジエン | 27. 1,1,1-トリクロロエタン | 48. キシレン |
| 7. 塩化ビニル | 28. シクロヘキサン | 49. キシレン |
| 8. 臭化メチル (プロモメタン) | 29. 四塩化炭素 | 50. スチレン |
| 9. クロロエタン | 30. ベンゼン | 51. トリプロモメタン |
| 10. トリクロロトリフルオロエタン (フレオン 113) | 31. n-ヘプタン | 52. 1,1,2,2-テトラクロロエタン |
| 11. エタノール | 32. トリクロロエチレン | 53. 1,2,4-トリメチルベンゼン |
| 12. 1,2-ジクロロエチレン | 33. 1,2-ジクロロプロパン | 54. 1,3,5-トリメチルベンゼン |
| 13. 1,1,2-トリクロロトリフルオロエタン | 34. 1,4-ジオキサン | 55. 1-エチル-4-メチルベンゼン |
| 14. アセトン | 35. プロモジクロロメタン | 56. エチルベンゼン |
| 15. 二硫化炭素 | 36. trans-1,3-ジクロロプロペン | 57. 1,2-ジクロロベンゼン |
| 16. イソプロピルアルコール | 37. メチルイソブチルケトン | 58. 1,3-ジクロロベンゼン |
| 17. 塩化メチレン | 38. トルエン | 59. α-クロロメチルベンゼン |
| 18. t-ブチルメチルエーテル | 39. cis-1,3-ジクロロプロペン | 60. 1,4-ジクロロベンゼン |
| 19. n-ヘキサン | 40. t-1,2-ジクロロエチレン | 61. 1,2,4-トリクロロベンゼン |
| 20. 1,1-ジクロロエタン | 41. 1,1,2-トリクロロエタン | 62. ヘキサクロロ-1,3-ブタジエン |
| 21. 酢酸ビニル | 42. テトラクロロエチレン | |

図 1. ATA 吸着管で採取した 1 リットルの 62 成分大気有害物質標準混合液 (1 ppb) をスプリットレスモードで分析したときのクロマトグラム



- | | | |
|----------------------|--------------------|--------------------|
| 1. メタノール | 10. 2-メチルヘキサン | 19. キシレン |
| 2. 2-メチルブタン | 11. シクロヘキサン | 20. α -ピネン |
| 3. エタノール | 12. 3-メチルヘキサン | 21. シクロヘキサノン |
| 4. アセトン | 13. ヘプタン | 22. α -ミルセン |
| 5. イソプロピルアルコール (IPA) | 14. 酢酸 | 23. d-リモネン |
| 6. 2-メチルペンタン | 15. 1-メチル-2-プロパノール | 24. フェノール |
| 7. 3-メチルペンタン | 16. トルエン | 25. メントール |
| 8. ヘキサン | 17. ヘキサナール | 26. 2-フェノキシエタノール |
| 9. 酢酸エチル | 18. キシレン | |

図 2. 汎用吸着管で採取した 3 つの実大気サンプルのsplitless分析。図中の挿入図は、イソプロピルアルコールの拡大で、優れたピーク形状を示しています。検出限界:どの化合物についても 0.1 ppb (100 ppt) 未満

特定の「土壌ガス」吸着管を用いた土壌ガスおよび蒸気侵入アセスメントアプリケーションの概要

燃料汚染サイトの調査では、土壌ガスの測定値に基づいて、近隣家屋への蒸気侵入による人間の健康に対する潜在的なリスク評価や、汚染防止や責任管理のための燃料の流出源の特定が行われます。通常、毒性の高い個々の化合物 (たとえば、ベンゼンやナフタレンなど) を測定すると共に全石油炭化水素 (TPH) プロフィールを明らかにする必要があります。

TD-GC/MS システムで分析する土壌ガスのサンプル採取は、U.S. EPA メソッド T0-15 や T0-17 の手順に従って、キャニスタと吸着管の両方を用いて行われています。しかし、「中間留分」(ディーゼル油、ジェット燃料、灯油など) には、こうしたメソッドの適用されない成分を含むものもあります。吸着管では、(最高 n-C26/30 までの) 高沸点化合物を測定することができ、一回の TD-GC/MS 分析で完全な回収が可能です。しかし、キャニスタでは、n-C10 よりも高い沸点の化合物が残留しやすい傾向があります。これにより、分析性能が下がったり、費用と時間のかかる洗浄が必要となったり、汚染によってキャニスタが使用できなくなる恐れがあります。

このアプリケーションを最適化・簡略化するために、アジレントは、上記の大気有害物質分析システムとともに使用できる疎水性の「土壌ガス」吸着管 (電子タグ機能に対応した吸着管と非対応の吸着管) を提供しています。土壌ガス吸着管では、軽質/中

低コストで得られる高い生産性と精度

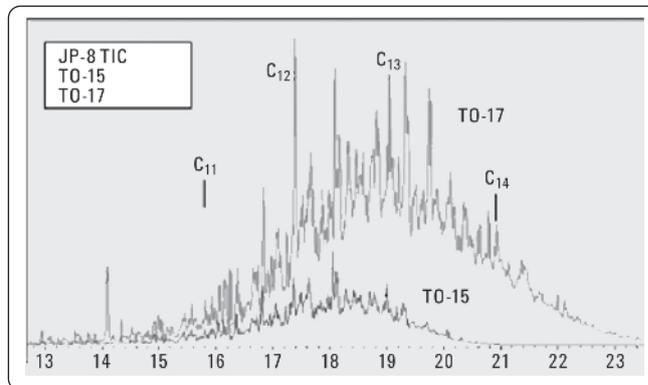


図 1. 吸着管 (赤) とキャニスタ (青) で採取した灯油 (JP-8) 汚染土壌ガスのプロフィール。データの提供元は Air Toxics Ltd. (米国カリフォルニア州)

間留分を含めた広範な有機汚染物質を定量的に保持/回収でき、コンディショニングせずにそのまま次の分析に使用することができます。土壌ガスの採取に使用した吸着管をもう一度加熱脱着することで、どの揮発レンジにも土壌ガスが残留していないことが分かります。

構成の要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY 2-(CIA 8) + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

推奨アクセサリ:

土壌ガススターターキットの構成:

- 2 x ATA/SG フォーカシングトラップ
- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き土壌ガス吸着管
- 吸着管 Pk 10 (BTX 標準物質添加済み (100 ng レベル))
- CapLok ツール

Agilent J&W DB-5 ms カラム:30 m × 0.25 mm (内径) × 0.25 μm

使用可能なオプション:

- TubeTAG スターターキット
- Pk 100 コンディショニング済み/キャップ付き土壌ガス吸着管
- Pack 1 または 5 ポンプ
- ヘリウムガス漏れ検出器
- UNITY 2 定期メンテナンスキット

分析条件

50 mL/min の流量で 5 分間のサンプリングを実施した疎水性土壌ガス吸着管 (Tenax/Carbopack X)

吸着管脱着: 300 °C (5 分間)

ATA トラップ: 25 °C から、最大流量で 310 °C まで (3 分)

ヘリウムキャリア: 13 psi、スプリット比 50:1 (トラップのみ)

GC オープン: 50 °C (1 分)、5 °C/min で 140 °C まで、15 °C/min で 300 °C まで (1 分)

質量分析計の温度設定: イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 280 °C

フルスキャン: 30 ~ 450 m/z

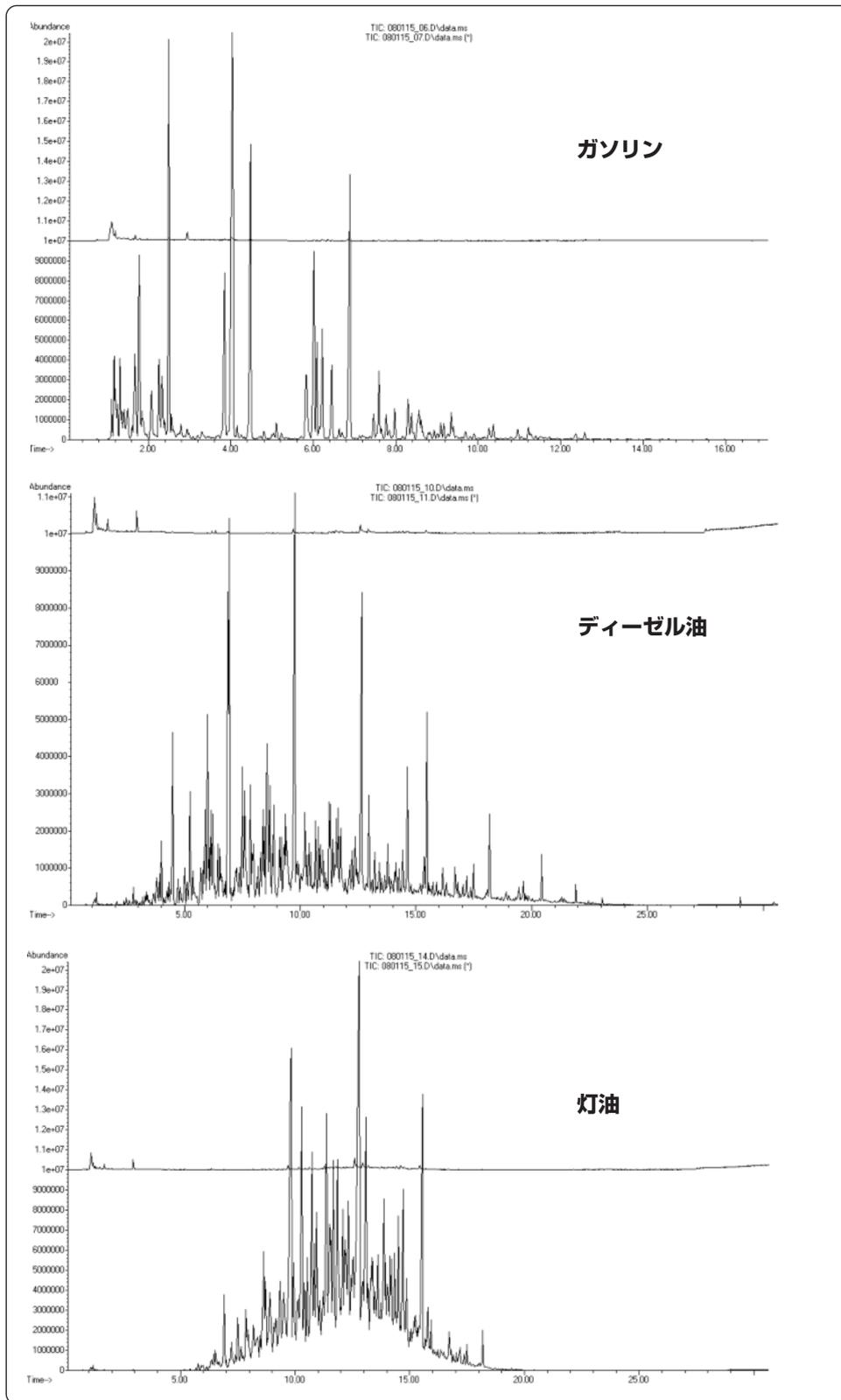


図 2. 汚染土壤中の燃料蒸気のサンプリングに使用した土壌ガス吸着管の 1 回目と 2 回目の熱脱着

煙突排出物検査

アプリケーションの概要

一般的に、煙突排出ガスは高/低濃度の有機蒸気を含んだ複雑なマトリックスです。高濃度成分は、通常、煙突自体に組み込まれた連続排気監視システム (CEM) を使用してオンラインでモニターされますが、世界中の規制当局が警戒を強めているのは、毒性または臭気性有機化学物質の低レベル排出です。こうした排出物質については、工場操業許可に対するコンプライアンスをオフラインでチェックしなければならない場合もあります。

フロンなどの超揮発性化合物のサンプル採取は、空気/ガスコンテナを使用して行われる場合もありますが、ほとんどの煙突排気は、吸着管によって採取され、熱脱着または溶剤抽出を経てから GC/MS によって分析されます。熱脱着 (TD) 処理では、

CS₂ などの有毒な溶剤を使用した手作業によるサンプル調製が不要になると同時に、それに伴う分析時の干渉がなくなるため、煙突排気検査には TD メソッドが広く使用されるようになっていきます。また、TD では、微量の分析対象物に関して 1000 倍の感度が得られると同時に、100 ppm を超える濃度にも対応できます。

溶剤抽出から熱脱着への煙突排気検査メソッドの移行に拍車をかけているのは、アジレント TD-GC/MS システムの SecureTD-Q (反復分析のための再捕集) 機能です。SecureTD-Q 機能は、マニュアルシステムにも標準装備されるようになり、シングルまたはダブルスプリットモードでの再捕集の自動化に対応できます。

構成の要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY(-CIA8) + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

推奨アクセサリ:

Pk 10 汎用吸着管 (n-C5 ~ n-C30)、コンディショニング済み
およびキャップ付き
CapLok ツール
スベアの汎用フォーカシングトラップ
Agilent J&W HP-5 MS カラム:30 m × 0.25 mm (内径) × 0.25 μm
フィルム

使用可能なオプション:

Pk 100 コンディショニング済み/キャップ付き汎用吸着管
TubeTAG スターターキット
ヘリウムガスリークディテクタ
UNITY 2 定期メンテナンスキット
2 つめの ULTRA (2 つのスプリットモードの自動再捕集に
対応するため)

サンプリングおよび分析条件

100 ~ 1500 mL の煙突排気の時間加重平均またはグラブサンプリング (ポンプまたは大口径ガスシリンジ)

吸着管脱着:	300 °C で 5 分
フォーカシングトラップ:	25 °C から、最大流量で 300 °C まで (5 分)
スプリット比:	50:1 から 5,000:1 まで (濃度に応じて変更)
TD フローパス:	180 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 10 psi (定圧モード)
GC オープン:	40 °C (5 分) から、10 °C/min で 280 °C (5 分) まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	30 ~ 450 m/z

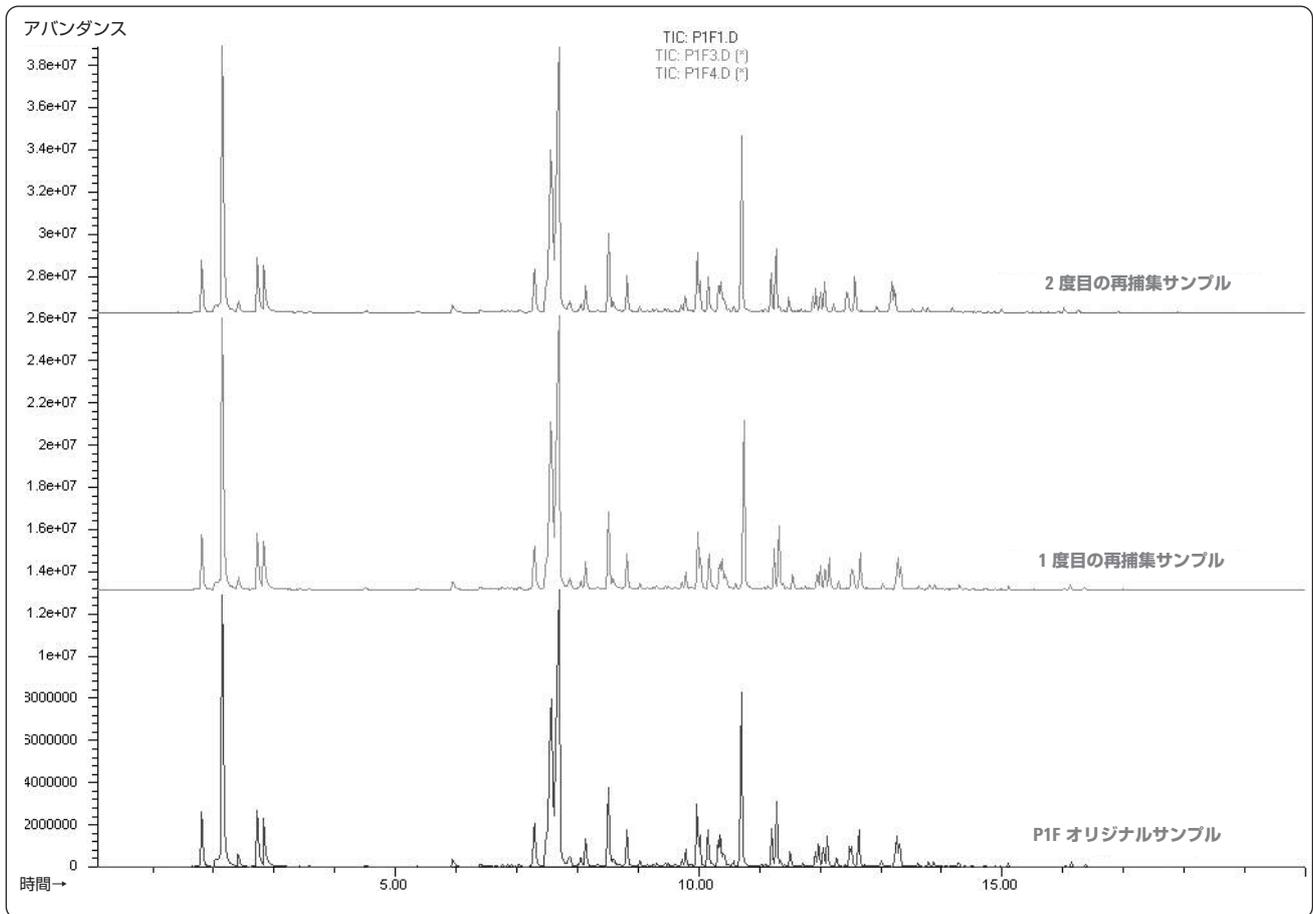


図 1. ダブルスプリットモードで分析した同じ 1.5 L の煙突排気サンプルに関する 3 回の反復分析。全体的なスプリット比は 3,000:1

標準メソッド

煙突排気に関する初期の TD メソッドでは、煙突排気サンプリングに大口径 (「VOST」) の吸着管の使用が規定されていました。こうした基準は、新たな基準に改定されましたが、原理の有効性を実証する上で重要な役割を果たしました。最近の規制ガイドンス、たとえば、煙突排気検査に関する英国環境庁 (UK EA) の M2 や最新開発メソッド (prEN 13649 など) では、外径 ¼-インチ (6.4 mm) または 6 mm の吸着管が標準サイズと規定され、熱脱着と溶剤抽出オプションの両方が認められています。

表 1. 図 1 に示した 3 回の反復分析の結果

化合物名	決定された質量 (µg)		
	1 回目	2 回目	3 回目
MEK	580	583	580
ベンゼン	0.14	0.18	0.18
トルエン	94	91	93
エチルベンゼン	30	30	29
PGMEA	43	43	43
m/p-キシレン	261	262	258
o-キシレン	13	13	13
DMS	28	28	28
1,2,3-トリメチルベンゼン	43	44	42

労働衛生/作業環境大気モニタリング アプリケーションの概要

欧州化学品庁指令や米国労働安全衛生法/危険有害性周知基準など、職場の健康/安全に関する法令は、化学物質を扱う工場に対して大気モニタリングおよび作業環境内での個人暴露アセスメントを実施して規制限度を順守するよう要求しています。労働衛生には、大掛かりでないサンプリング装置が必要とされ、有機蒸気の大気モニタリングに広く一般に使用されているのは、拡散的 (パッシブ) なサンプリング形態または小さな個人モニタリングポンプを備えた吸着管やカートリッジです。

吸入暴露: 作業環境/個人大気モニタリングには、TD-GC/MS が、関連する標準メソッド (ISO EN 16017、ASTM D6196、EN 838/1076、NIOSH 2549 など) と共に長年にわたって広く使用されてきました。最近、労働暴露限界が引き下げられた結果、従来の炭素管/CS₂ 抽出手順から熱脱着メソッドへの移行が一段と加速しています。溶剤抽出メソッドには、低い感度 (一般的には、TD メソッドの感度の 1000 分の 1)、不安定もしくは不完全な抽出効率、再利用不能な吸着管、溶剤の問題 (たとえば、有毒性、処

分コスト、分析時の干渉といった問題) など、固有の制約があります。

アジレントの TD-GC/MS 製品では、手動と自動のどちらの構成にも対応した再捕集機能が使用できるため、反復分析が可能になり、従来の TD システムにあった「ワンショット」制限 (分析は 1 回限りという制限) が解消されます。また、電子タグによってサンプル吸着管のトレーサビリティを強化できることも、作業環境調査にとって大きな利点です。

呼気検査: 作業環境内での化学物質の暴露経路には、経皮摂取、経口摂取、吸入摂取などがあります。最近、TD-GC/MS と併用可能な呼気検査が、血液検査や尿検査に代わる非観血的な検査方法として開発されました。これにより、大規模な生物学的モニタリングが簡単に実施できるようになりました。モニタリングの対象は、溶剤に晒される靴工場の作業員や、ドライクリーニング施設の従業員、麻酔薬に晒される医療従事者などです。

構成の要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

推奨アクセサリ:

作業環境大気スターターキットの (一般的な) 構成:

- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き汎用吸着管
- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き Tenax 吸着管
- Pk 10 拡散キャップおよび CapLok ツール
- Pk 10 標準吸着管 (BTX) - 1 µg レベル
- スペアの汎用フォーカシングトラップ

Agilent J&W DB-5 ms カラム:60 m × 0.25 mm (内径) × 0.25 µm フィルム

使用可能なオプション:

Pk 10/100 コンディショニング済み/キャップ付き吸着管 (分析対象化合物に固有な吸着剤を充填したもの)

TubeTAG スターターキット

Pk 10 Bio-VOC 呼気サンブラ

UNITY 2 定期メンテナンスキット

ヘリウムガス漏れ検出器

Pack 1 または 5 ポンプ

サンプリングおよび分析条件

サンプリング:	Tenax 吸着管 (または、8 時間の拡散サンプリング) で捕集した 10 L の空気
吸着管脱着:	300 °C で 5 分
標準トラップ:	-20 °C から、最大流量で 300 °C まで (5 分)
スプリット比:	50:1 から 500:1 まで (濃度に応じて変更)
TD フローパス:	160 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 20 psi (定圧モード)
GC オープン:	50 °C (5 分) から、10 °C/min で 280 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	30 ~ 450 m/z

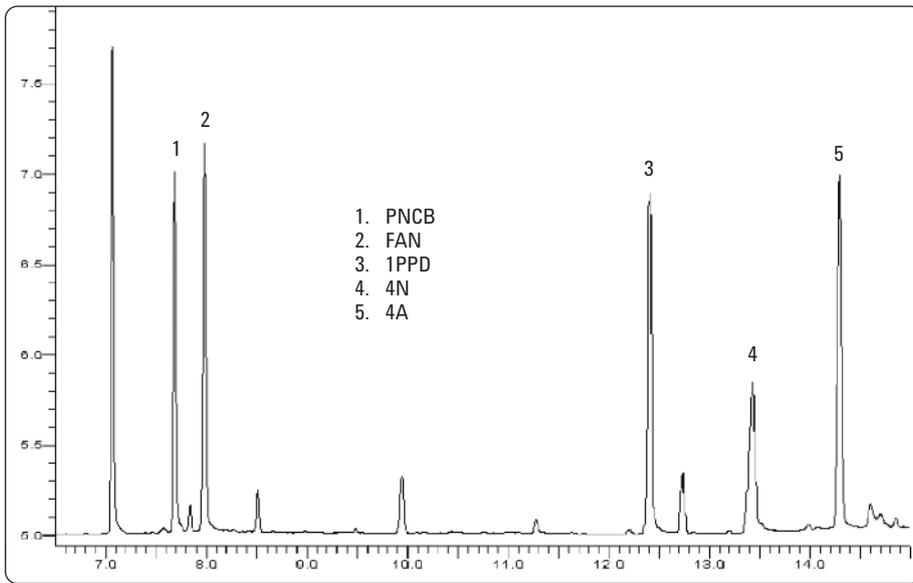


図 1. 作業環境大気中の反応性アミン化合物の分析

サンプリングおよび分析条件：呼気

サンプリング:	Bio-VOC™ 呼気サンブラおよび Tenax 吸着管
吸着管脱着:	250 °C で 5 分
標準トラップ:	-25 °C から、最大流量で 300 °C まで (3 分)
TD フローパス:	150 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 20 psi (定圧モード)
GC オープン:	40 °C (5 分) から、10 °C/min で 300 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	30 ~ 450 m/z

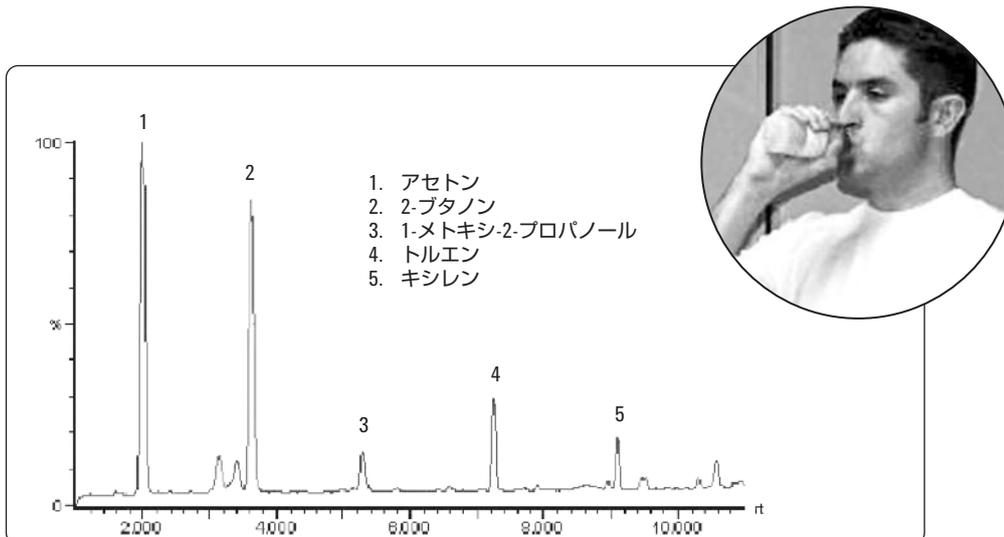


図 2. 靴工場作業員の呼気中に含まれる経皮摂取溶剤 (呼気サンプルを Bio-VOC 呼気サンブラで採取で、TD-GC/MS システムで分析)

逸散排出物、悪臭、フェンスラインモニタリング アプリケーションの概要

廃棄場や廃棄物処理施設は、毒性または臭気性有機蒸気を放出し、近隣の地域で生活または労働している人間の健康およびクオリティオブライフ (QOL) に悪影響を及ぼす可能性があります。関連する規制には、廃棄物の埋め立てに関する欧州指令 1999/31/EC や、「残留リスク」プログラムに基づいて大手石油精製所周辺におけるベンゼン濃度を規制する米国環境保護庁 (US EPA) の活動などがあります。

このような分析には、吸着管が最も多角的でコスト効率の良い大気サンプリング手段になります。一般的に、周辺モニタリングに最適なサンプリング方式は長期的な拡散サンプリングです。この方式を採用すれば、ベンゼンやナフタレンなどの主な基準汚染物質に関して、ISO EN 16017、ASTM D6196、および EN 14662-4 の規定通りに 1 週間または 2 週間の時間加重平均濃度をコスト効率良く決定できるようになります。

長期的な拡散サンプリングの実行に伴う問題点や埋立処分地の過酷な大気条件 (高い CO₂ 濃度や、高温、高湿度、汚染されたバックグラウンドなど) を考慮すると、Grabサンプリングを使用する方が便利です。Grabサンプリングでは、低コストのペローズポンプまたは大口径のガスシリンジを使用して約 100 mL の埋立地ガスサンプルを不活性捕集管に取り込みます。埋立地ガスに含まれる微量成分のモニタリングに関する英国環境庁 (UK EA) の指針書は、このアプリケーションに関して、汎用基準 TO-17、ISO EN 16017、および ASTM D6196 を補足するものです。

アジレントのシステムは、C₂ から n-C₄₀ に至るまで揮発性の異なるさまざまな化合物を完全に回収できるユニークな仕組みと、熱不安定性臭気化合物の処理に合わせて低いフローパス温度を選択できる柔軟性を備えているため、この分野で役立つシステムです。

構成の要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

埋立地向けの推奨オプション:

Pk 10 硫黄吸着管 (SilcoSteel, Tenax/Unicarb)
2 つの「硫黄」フォーカシングトラップ
Agilent J&W DB VXR カラム:60 m × 0.25 mm (内径) × 1.4 μm
フィルム
TubeTAG スターターキット
ヘリウムガス漏れ検出器

石油精製所向けの推奨オプション:

Pk 10 吸着管 (BTX) + Pk 10 吸着管 (1,3-ブタジエン)
Pk 10 拡散キャップ
スベアの汎用フォーカシングトラップ
Agilent J&W HP-5 MS カラム:60 m × 0.25 mm × 0.5 μm フィルム
TubeTAG スターターキットおよびヘリウムガス漏れ検出器

分析条件:埋立地ガス

100 mL のガスを硫黄吸着管に取り込むGrabサンプリング

吸着管脱着:	300 °C で 5 分
フォーカシングトラップ:	25 °C から、最大流量で 300 °C まで (5 分)
ヘリウムキャリアガス:	20:1 のスプリット比で 21.6 psi。
TD フローパス:	120 °C
GC オープン:	35 °C (5 分) から、5 °C/min で 230 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	30 ~ 450 m/z

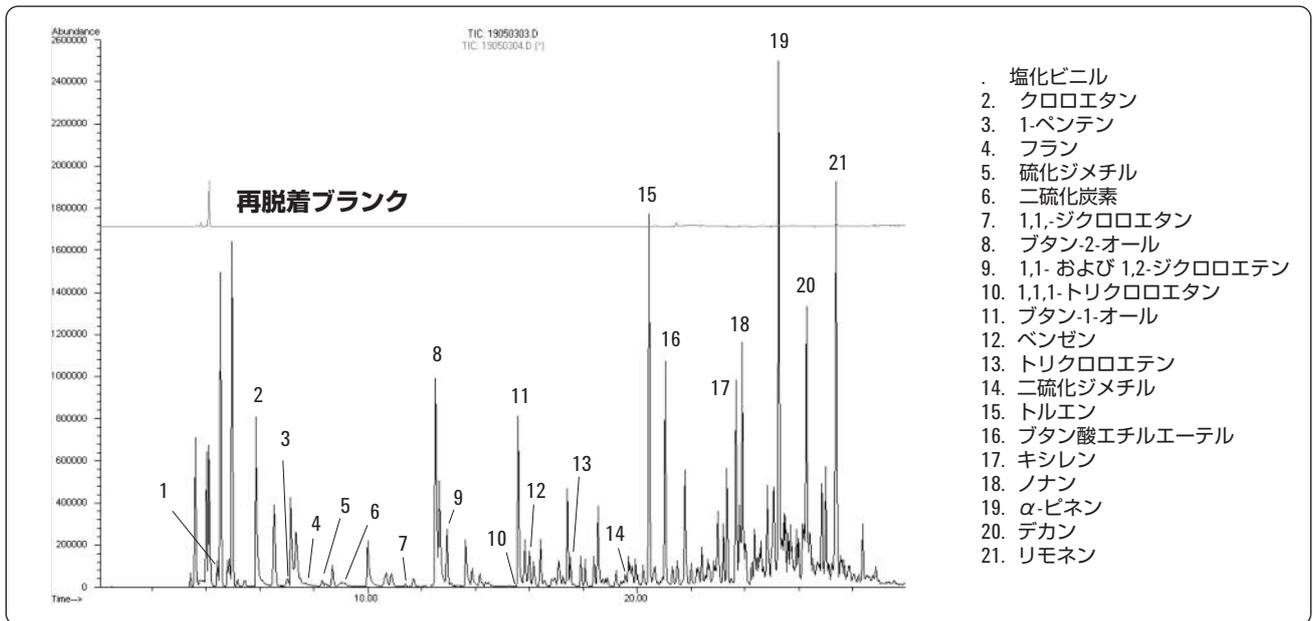


図 1. 100 mL の埋立地ガスに含まれる微量の分析対象化合物とその他の主要なバックグラウンド汚染物質

分析条件:石油精製所周辺

サンプリング:	Carbograph 1 TD 着脱管を使用した 2 週間の拡散サンプリング
吸着管脱着:	320 °C で 5 分
フォーカシングトラップ:	炭素汎用トラップ、-10 °C ~ 320 °C
ヘリウムキャリアガス:	10:1 のスプリット比で 21.6 psi
TD フローパス:	150 °C
GC オープン:	35 °C (5 分) から、5 °C/min で 230 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 200 °C
フルスキャン:	30 ~ 450 m/z

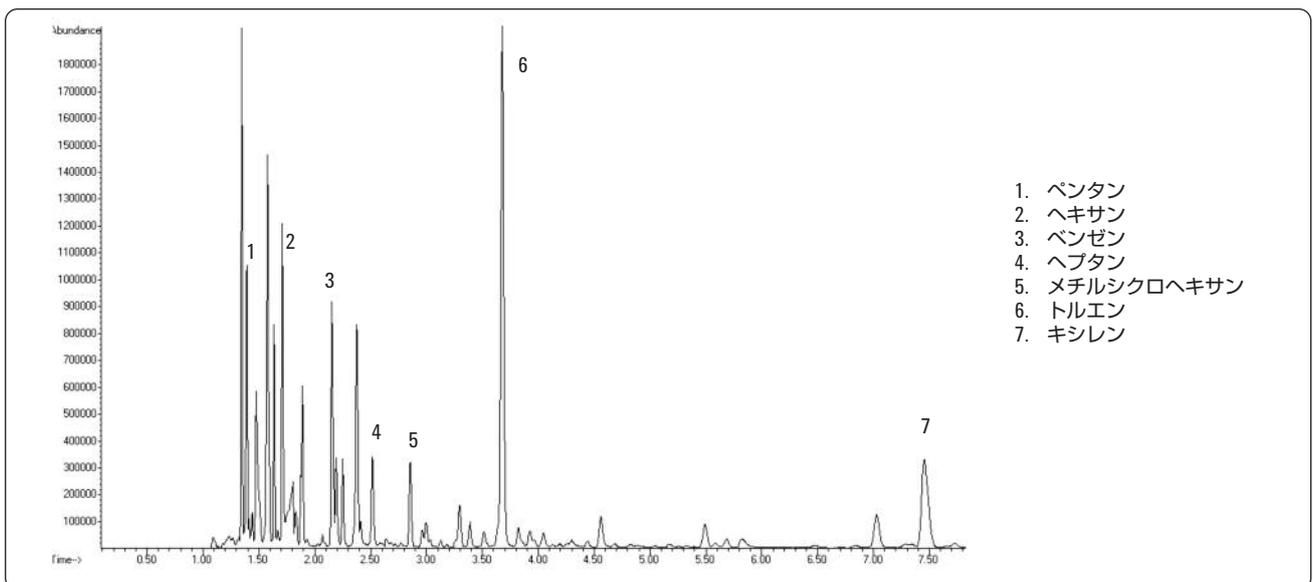


図 2. 石油精製所周辺における 2 週間の拡散モニタリング。アルカン化合物や芳香族化合物 (ベンゼン、トルエン、キシレン) などの揮発性有機化合物 (VOC) が検出された (この図は、BP のご厚意により転載許可されたものです)

室内空気質

アプリケーション概要

先進国では、人々は生活時間のほぼ 90 パーセントを室内または車内で過ごしているため、建築用材、家具、カーインテリアの装備品からの放出物質に晒されています。したがって、室内や車内の空気質は、人間の健康や快適さを左右する重要な要素になります。

建物のエネルギー効率に対する要求が厳しくなるに従い (たとえば、建物のエネルギー性能に関する新たな EC 指令など)、室内の換気速度が抑えられるようになったことから、室内空気質 (IAQ) は、最近、一段と注目を集めるようになってきました。換気が不十分である場合、建材や洗剤から放出される化学物質が室内に蓄積される可能性があり、極端な場合には居住者が「シックハウス症候群」になる恐れもあります。密閉された自動車の室内にも同様の問題が発生します。

熱脱着は、室内空気モニタリングや、材料放出物の検査やトレーサーガス換気検査など、関連するアプリケーションに広く使用されます。IAQ サンプルングは、通常、ISO 16000-6、ISO EN 16017、または ASTM D6196 に従って、ポンプ排気式吸着管を使用して実施されます。拡散サンプルングは、室内の個人暴露レベルを調べる際の理想的な選択肢です。

揮発性および半揮発性有機化合物についてクラス最高のシステム感度と同時分析能力を備えたアジレントのシステムは、IAQ アプリケーションに適したシステムです。さらに、分析システムの機能を補完する多種多様な製品も用意されています。低コストの放出物スクリーニングツールや、複雑な分析結果から微量有害成分を正確に同定するための画期的なデータマイニングソフトウェアなどがあります。

構成の要件

システム構成: シリーズ 2 (ULTRA 50:50/ISDP-) UNITY + 7890A GC および 5975C GC/MS システム

推奨アクセサリ:

IAQ スターターキットの構成:

- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き IAQ 吸着管
- Pk 10 コンディショニング済み/キャップ付き Tenax TA 吸着管
- CapLok ツール
- 2 x IAQ フォーカシングトラップ

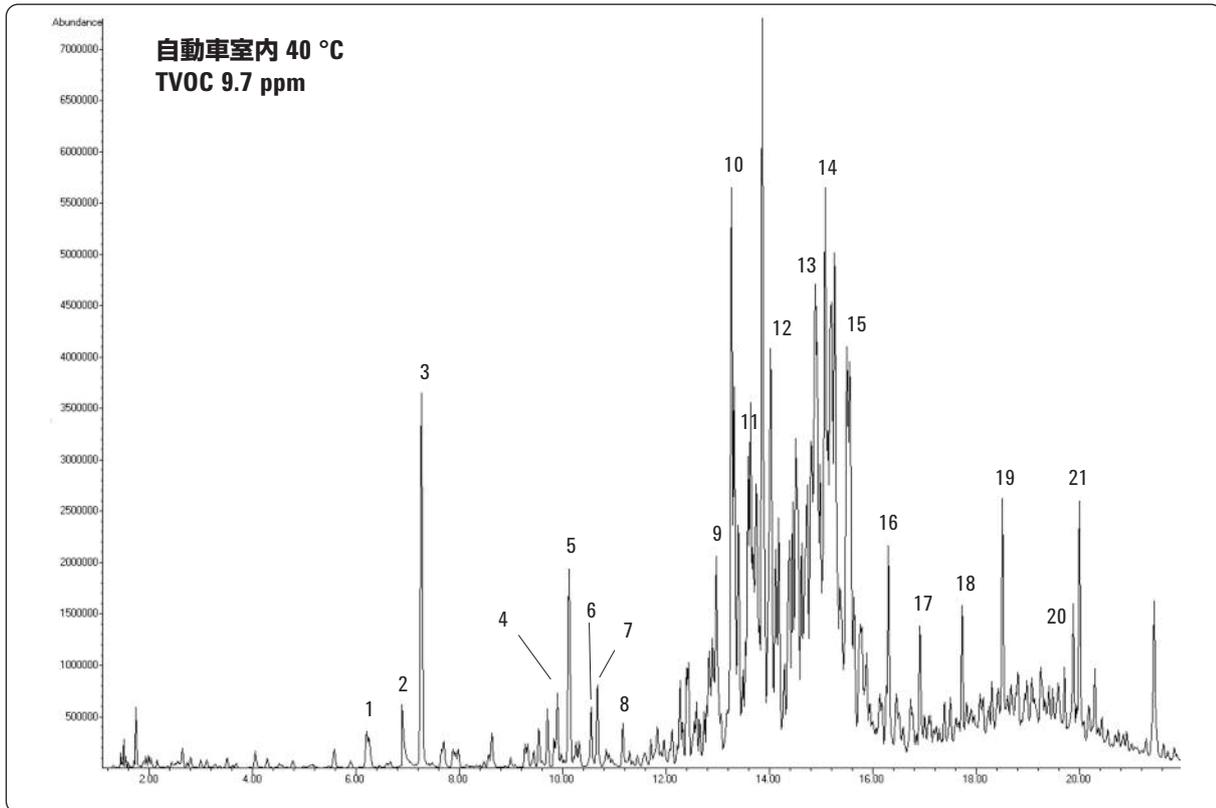
Agilent J&W DB-5 ms カラム: 60 m × 0.25 mm (内径) × 0.5 μm

使用可能なオプション:

Pk 100 コンディショニング済み/キャップ付き IAQ または Tenax 吸着管
TubeTAG スターターキット
Pack 1 または 5 ポンプ
Pk 10 拡散サンプルングキャップ
UNITY 2 定期メンテナンスキット
μ-CTE マイクロチャンバー/熱抽出装置
DRS または TargetView 「データマイニング」ソフトウェア

分析条件: ポンプ排気式吸着管による 40 °C の自動車室内空気のモニタリング

サンプルング:	IAQ 吸着管で 2 L @ 50 mL/min
吸着管脱着:	275 °C で 6 分
フォーカシングトラップ:	30 °C から、最大流量で 300 °C まで (3 分)
ダブルスプリット、合計比:	100:1
TD フローパス:	200 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 10 psi (定圧モード)
GC オープン:	40 °C (5 分) から、10 °C/min で 200 °C (1 分) まで
質量分析計の温度設定:	イオン源 230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 280 °C
フルスキャン:	45 ~ 350 m/z



- | | |
|------------------|------------------------|
| 1. メチルシクロヘキサン | 12. C11 |
| 2. N,N-DMF | 13. C11/12 異性体 |
| 3. トルエン | 14. C12 |
| 4. エチルベンゼン | 15. C13 |
| 5. m- および p-キシレン | 16. 2-(2-ブトキシエチル)エタノール |
| 6. スチレン | 17. ドデカン |
| 7. o-キシレン | 18. シリルエステル |
| 8. n-ノナン | 19. n-C13 |
| 9. トリメチルベンゼン | 20. コパエン |
| 10. n-デカン | 21. n-C14 |
| 11. ジメチルベンジルアミン | |

図 1. 小型車の室内から採取した 2 リットルの空気の分析結果 (多様な VOC が含有され、VOC の合計濃度が高いことが判る)

サンプリングおよび分析条件:室内空気質の調査を目的とした拡散サンプリング

サンプリング:	室内空気、屋外空気、および個人暴露レベルの 12 時間の拡散サンプリング (軸状の吸着管を使用)。
吸着管脱着:	300 °C で 5 分
フォーカシングトラップ:	25 °C から、最大流量で 300 °C まで (5 分)
スプリット比:	10:1
TD フローパス:	160 °C
キャリアガス:	ヘリウム @ 10 psi (定圧モード)
GC オーブン:	35 °C (5 分) から、5 °C/min で 230 °C まで
質量分析計の温度設定:	イオン源:230 °C、四重極 150 °C、トランスファライン 280 °C
フルスキャン:	45 ~ 450 m/z

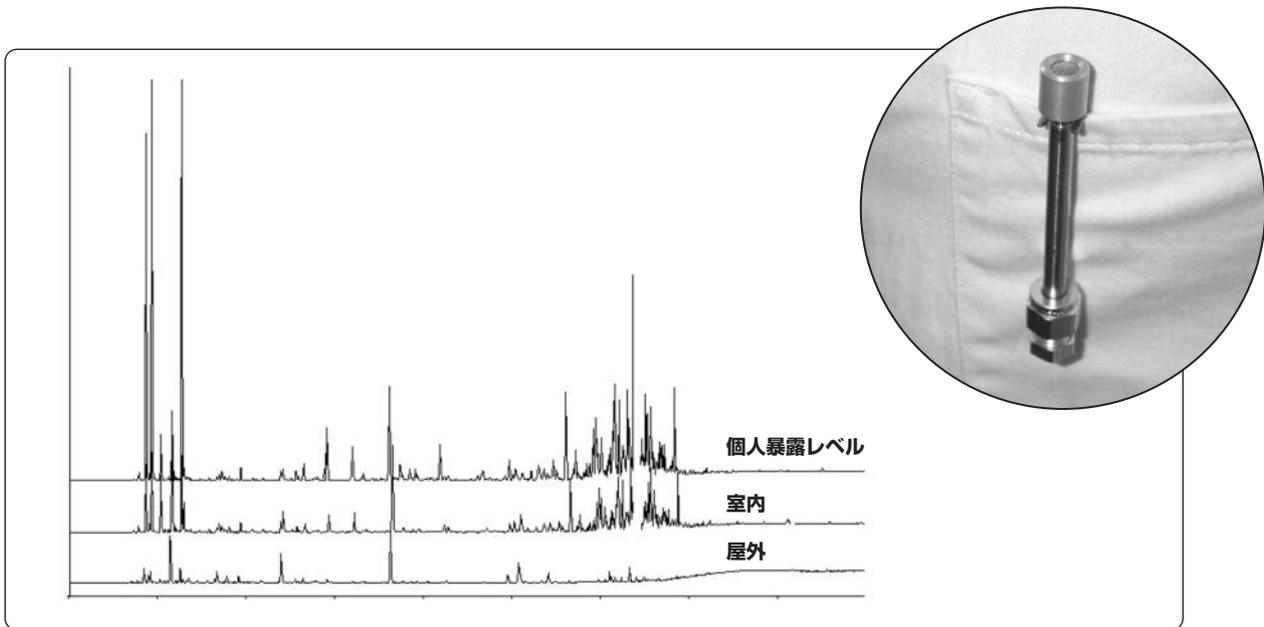


図 2. この家屋の室内空気質の低下と個人暴露レベル上昇の原因は、併設ガレージに駐車されているディーゼル車にあることが判明した

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc., 2009

Published in Japan, May 20, 2009

5990-3782JAJP



Agilent Technologies